

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平11-11956

(43) 公開日 平成11年(1999) 1月19日

(51) Int.Cl. ⁶	識別記号	F I
C 0 3 B 8/04		C 0 3 B 8/04
B 0 1 L 3/04		B 0 1 L 3/04
C 0 3 B 20/00		C 0 3 B 20/00
C 3 0 B 15/10		C 3 0 B 15/10
29/06	5 0 2	29/06 5 0 2 B
審査請求 未請求 請求項の数 6 O L (全 6 頁) 最終頁に続く		

(21) 出願番号 特願平9-158260

(22) 出願日 平成9年(1997) 6月16日

(71) 出願人 000221122

東芝セラミックス株式会社
東京都新宿区西新宿1丁目26番2号

(72) 発明者 生野 浩人

神奈川県秦野市曾屋30番地 東芝セラミ
ックス株式会社開発研究所内

(72) 発明者 露木 龍也

神奈川県秦野市曾屋30番地 東芝セラミ
ックス株式会社開発研究所内

(72) 発明者 石井 友之

神奈川県秦野市曾屋30番地 東芝セラミ
ックス株式会社開発研究所内

(74) 代理人 弁理士 須山 佐一

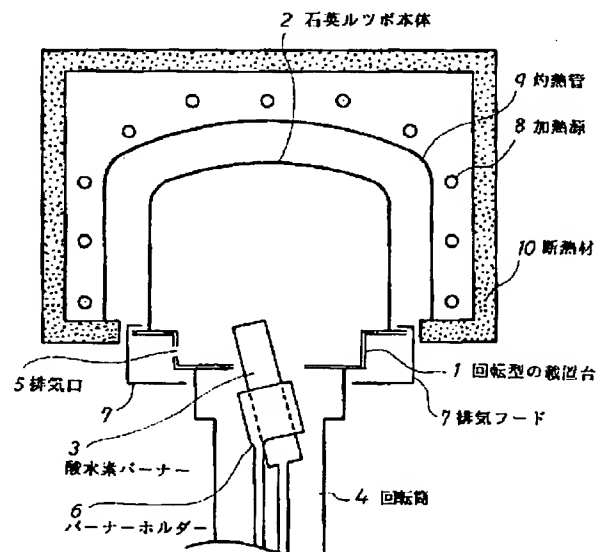
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 石英ガラス製ルツボの製造方法および製造装置

(57) 【要約】

【課題】 石英ガラス製ルツボ本体の内壁面に、高純度の石英ガラス層が容易に積層形成され、常時、高品質な半導体単結晶を成長・製造できる石英ガラス製ルツボの製造方法および製造装置の提供。

【解決手段】 石英ガラス製ルツボ本体2の開口部を下向きに配置し、前記ルツボ本体2を外壁面側から加熱8することで、高純度シラン系ガスが導入された酸水素パーナー3により、前記石英ガラス製ルツボ本体2内壁面にシリカ微粒子を沈積し、透明層化することを特徴とする石英ガラス製ルツボの製造方法である。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 石英ガラス製ルツボ本体の開口部を下向きに配置し、前記ルツボ本体を外壁面側から加熱することで、高純度シラン系ガスが導入された酸水素バーナーにより、前記石英ガラス製ルツボ本体内壁面にシリカ微粒子を沈積し、透明層化することを特徴とする石英ガラス製ルツボの製造方法。

【請求項2】 石英ガラス製ルツボ本体および加熱炎の吹き付け位置を相対的に回転移動させることを特徴とする請求項1記載の石英ガラス製ルツボの製造方法。

【請求項3】 石英ガラス製ルツボ本体の下向き角度を $0\sim 45^\circ$ 、および加熱炎の吹き付け角度を $90\sim 180^\circ$ に設定することを特徴とする請求項1または請求項2記載の石英ガラス製ルツボの製造方法。

【請求項4】 石英ガラス製ルツボ本体を、その開口部を下向にして載置する回転可能な載置台と、前記載置台および載置される石英ガラス製ルツボ本体で形成する中空部に、少なくとも先端部が挿入配置される回転可能な酸水素バーナーと、前記載置台および酸水素バーナーの少なくとも一方を回転せしめる回転機構と、前記載置台の外周辺に配置され、載置台に設けられた排気口を介して前記中空部内の排気を行う排気フードと、前記載置台に載置される石英ガラス製ルツボ本体を外周側から加熱する加熱源とを具備していることを特徴とする石英ガラス製ルツボの製造装置。

【請求項5】 載置台の排気口が円周方向にほぼ等間隔に設けられていることを特徴とする請求項4記載の石英ガラス製ルツボの製造装置。

【請求項6】 石英ガラス製ルツボ本体の外周面、およびその外周面を加熱する加熱源との間に一端封止型の均熱管を配置したことを特徴とする請求項4または請求項5記載の石英ガラス製ルツボの製造装置。

【発明の詳細な説明】**【0001】**

【発明の属する技術分野】本発明は、半導体単結晶の製造などで使用される半導体素材の溶融用石英ガラス製ルツボの製造方法および製造装置に関する。

【0002】

【従来の技術】周知のように、半導体単結晶の製造方法においては、予め精製処理された半導体素材（たとえばSi多結晶）を原料とし、外部から抵抗加熱体による加熱で、前記原料を溶融し、この原料の溶融体表面に、種結晶の先端を接触させ、回転させながら垂直方向に引き上げて、所要の単結晶を成長・製造する。この際、原料を収容する容器として石英ガラス製のルツボが使用されている。

【0003】そして、成長・製造されたSi単結晶などは、ダイオード、トランジスター、IC素子、固体撮像素子など、各種半導体装置の製造に使用されているが、近

年、半導体装置の高性能化、または高密度化などの要求に伴って、Si単結晶中の微小欠陥が問題視されている。つまり、単結晶を成長・製造に使用する石英ガラス製のルツボの種類などによって、成長・製造したSi単結晶中の微小欠陥の発生に差があり、特性・性能、歩留まりなどに大きな影響が与えられる。

【0004】ところで、前記Si単結晶の成長・製造に使用される石英ガラス製のルツボは、一般的に、次のような手段で製造されている。すなわち、天然の水晶を粉碎し、薬品で処理した後、その精製粉末をカーボン製の型に充填して、アーク溶融法により成型している。この製造手段においては、溶融石英ガラス製のルツボを成型・製造する段階で、天然水晶粉末の溶融体がカーボン製型などの成型部材によって汚染され易いため、前記溶融石英ガラス製のルツボの内外壁面の純度向上には限界がある。すなわち、溶融石英ガラス製のルツボに起因するSi単結晶中の微小欠陥の低減を考慮しているが、十分な対策が採られるには至っていない。

【0005】このような事情に対して、上記溶融石英ガラス製のルツボ内壁面に、(a)高純度シラン系ガス、不活性ガス、水素ガスおよび酸素ガスを所定の流量比で供給し、火炎酸化分解によって合成石英層を被覆形成すること、(b)この合成石英層を被覆形成に当たって、火炎酸化分解・合成用バーナーと酸水素炎加熱用バーナーとを併用することが知られている。すなわち、前記火炎酸化分解で生じる合成石英粉末を、併用した酸水素炎加熱によってガラス化し、ルツボ内壁面に積層固定する手段が提案されている（特公平6-43277号公報）。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、この石英ルツボの製造方法は、湾曲した石英ルツボ内壁面に積層された合成石英粉末を、合成用バーナーおよび加熱源バーナーで局部的に加熱する方法であるため、ある面積範囲内で、積層された合成石英粉末層全体を均一に加熱することが实际的に困難であり、結果として、瞬間的なガラス化の不均一化が生じる。すなわち、不均一な加熱に伴う合成石英粉末層での体積収縮の不均一性に基づき、形成されたガラス層の剥離が招来する恐れがあるので、加熱源バーナーの配置や操作など工程が大幅に煩雑化する。

【0007】本発明は、上記事情に対処してなされたもので、石英ガラス製ルツボ本体の内壁面に、高純度の石英ガラス層が容易に積層形成され、常時、高品質な半導体単結晶を成長・製造できる石英ガラス製のルツボを歩留まりよく製造する方法およびその製造方法の実施に適する装置の提供を目的とする。

【0008】

【課題を解決するための手段】請求項1の発明は、石英ガラス製ルツボ本体の開口部を下向きに配置し、前記ルツボ本体を外壁面側から加熱することで、高純度シラン

系ガスが導入された酸水素バーナーにより、前記石英ガラス製ルツボ本体内壁面にシリカ微粒子を沈積し、透明層化することの特徴とする石英ガラス製ルツボの製造方法である。

【0009】請求項2の発明は、請求項1記載の石英ガラス製ルツボの製造方法において、石英ガラス製ルツボ本体および加熱炎の吹き付け位置を相対的に回転移動させることを特徴とする。

【0010】請求項3の発明は、請求項1または請求項2記載の石英ガラス製ルツボの製造方法において、石英ガラス製ルツボ本体の下向き角度を0～45°、および加熱炎の吹き付け角度を90～180°に設定することの特徴とする。

【0011】すなわち、本発明は石英ガラス製ルツボ本体の内壁面に、加熱炎を吹き付けるとともに、その内壁面に高純度シラン系ガスおよび酸素ガスを吹き付け・供給し、シラン系化合物を熱酸化分解させ、シリカ微粒子を内壁面に沈積する一方、この沈積とほぼ同時に、石英ガラス本体の外壁面側からの加熱により、透明な合成石英ガラス層化することを骨子とする。

【0012】本発明において、石英ガラス製ルツボ本体は、天然石英粉末または合成石英粉末を素材として構成した熔融石英ガラスルツボであり、その形状や大きさなどは、たとえばSi単結晶の引上げなどに使用されるルツボの場合と同様である。

【0013】また、前記石英ガラス製ルツボ本体の内壁面に、シリカ微粒子を沈積し、かつ透明な合成石英ガラス層化するに当たっては、石英ガラス製ルツボ本体の開口部を下向きに設定する必要がある。つまり、石英ガラス製ルツボ本体の内壁面に対するシリカ微粒子の沈積を、上向き、斜め上向きなどに行わないと、シリカ微粒子の沈積が不均一化して、所要の高純度合成石英ガラス層を被覆形成できないからである。

【0014】さらに、前記石英ガラス製ルツボ本体の内壁面に対するシリカ微粒子の沈積・透明なガラス層化に当たって、石英ガラス製のルツボ本体の外壁面側からの加熱は、石英ガラス製ルツボの内壁面近傍の温度が1200～1400℃程度になるように保持される。一方、石英ガラス製のルツボ本体の内壁面に吹き付けられる加熱炎温度は、高純度シラン系ガスと酸水素ガスとの反応が十分に進行する程度、たとえばモノシランを高純度シラン系ガスとした場合は、700～1000℃程度に設定される。

【0015】ここで、石英ガラス製のルツボ本体、加熱炎および高純度シラン系ガスなどの吹き付け位置を、回転などで相対的に位置を変えさせることが好ましい。なお、酸水素バーナーを複重管構造とし、加熱炎の吹き付け・放射口と高純度シラン系ガスなどの吹き付け・放射口とに利用する形態を採った場合は、より工程・操作などの簡略化を図ることができる。

【0016】本発明において、使用する高純度シラン系

ガスは、一般的に、たとえばモノシランガス、四塩化珪素などであり、その純度は全不純物含有量で、0.05Ppb程度以下が望ましく、また、酸素ガスの純度は、99.5%以上であれば十分である。

【0017】請求項4の発明は、石英ガラス製ルツボ本体を、その開口部を下向にして載置する回転可能な載置台と、前記載置台および載置される石英ガラス製ルツボ本体で形成する中空部に、少なくとも先端部が挿入配置される回転可能な酸水素バーナーと、前記載置台および酸水素バーナーの少なくとも一方を回転せしめる回転機構と、前記載置台の外周辺に配置され、載置台に設けられた排気口を介して前記中空部内の排気を行う排気フードと、前記載置台に載置される石英ガラス製ルツボ本体を外周側から加熱する加熱源とを具備していることを特徴とする石英ガラス製ルツボの製造装置である。

【0018】請求項5の発明は、請求項4記載の石英ガラス製ルツボの製造装置において、載置台の排気口が円周方向にほぼ等間隔に設けられていることを特徴とする。

【0019】請求項6の発明は、請求項4または請求項5記載の石英ガラス製ルツボの製造装置において、石英ガラス製ルツボ本体の外周面、およびその外周面を加熱する加熱源との間に一端封止型の均熱管を配置したことを特徴とする。

【0020】請求項1ないし請求項3の発明では、石英ガラス製ルツボ本体が外壁面側から加熱保持され、内壁面側が酸水素バーナーによりシリカ微粒子が沈積する一方、透明な合成石英ガラス層化が行われる。すなわち、石英ガラス製ルツボ本体が、全体的に、ほぼ一樣な温度に加熱保持された状態で、シリカ微粒子の沈積および透明層化が行われる。したがって、シリカ微粒子の沈積層の剥離、不均質な合成石英ガラス層の形成などが回避・解消され、内壁面が高純度な合成石英ガラス層によって、全体的にほぼ一樣な厚さに被覆された石英ガラス製ルツボを歩留まりよく製造することができる。

【0021】請求項4ないし請求項6の発明では、石英ガラス製ルツボ本体の内壁面に、全体的にほぼ一樣な厚さの高純度な合成石英ガラス層を煩雑な操作を要せず容易に、かつ再現性良好に形成することができる。すなわち、高品質の石英ガラス製ルツボを歩留まりよく提供できる。

【0022】

【発明の実施の形態】以下図1および図2を参照して実施例を説明する。

【0023】図1は、本発明に係る製造装置の要部構成例を示す断面図である。図1において、1は石英ガラス製ルツボ本体2を、その開口部を下向にして載置する回転可能な載置台、3は前記載置台1および載置される石英ガラス製ルツボ本体2で形成する中空部Aに、少なくとも先端部が挿入配置される回転可能な酸水素バーナ

一、4は前記載置台1の略中央下部に連結された回転筒であり、前記載置台1および酸水素バーナー3の少なくとも一方が図示されていない回転機構に寄り回転せしめられる。なお、前記酸水素バーナーは、これを保持するバーナーホルダー6を介して回転する。

【0024】より具体的には、回転可能な載置台1は、たとえばカーボン製の外周部に段差を有する皿状を成しており、底壁面のほぼ中央部が酸水素バーナー3の先端部を挿入可能に開口するとともに、製造中に発生するH₂Oガスを排気するため、図2に透視して平面的に示すごとく、側壁(円周方向)にはほぼ等間隔で排気口5が設けられている。また、前記回転可能な載置台1は、回転・昇降可能な回転筒4の上端に連結されており、回転筒4の昇降によって回転可能な載置台1を上下方向に移動させる一方、回転筒4の回転で回転可能な載置台1を回転する構成と成っている。

【0025】さらに、酸水素バーナー3は、石英ガラス製ルツボ本体2の内壁面に、高純度シラン系ガスおよび酸水素ガスを同時に吹き付け、火炎による高温度(700～1000℃程度)で、高純度シラン系ガスと酸素ガスとの反応によりシリカ微粒子を生成させる一方、石英ガラス製ルツボ本体3の内壁面にシリカ微粒子を生成沈積するものである。

【0026】なお、上記は、回転筒4内に酸水素バーナー3をバーナーホルダー6で固定的に保持・配置してあるが、この酸水素バーナー3の向き(角度)を変更することで、その先端部が石英ガラス製ルツボ本体2の内壁面に、全面的に対向させるようにしてもよいし、あるいは、回転筒4を傾斜・回転可能型とし、結果的に、載置台1上の石英ガラス製ルツボ本体2の下向きに、所要の傾斜角度を持たせることもできる。

【0027】さらにまた、7は前記載置台1の外周部に配置され、載置台1に設けられた排気口5を介して前記中空部A内の排気を行う排気フード、8は前記載置台1に載置される石英ガラス製ルツボ本体2の外周側から、その内壁面近傍を1200～1400℃程度に加熱する加熱源、9は前記石英ガラス製ルツボ本体2の外周面と加熱源8との間に配置された一端封止型の均熱管、10は前記加熱源8の外周側に配置された断熱材である。ここで、一端封止型の均熱管9は、加熱源8や断熱材10側からの不純物混入を防止する一方、被加熱体である石英ガラス製ルツボ本体2の均熱加熱性向上などに寄与する。そして、この均熱管10は、高温強度、不純物遮断効果などの観点から、反応焼結炭化珪素(Si-SiC)を基材とし、CVD法で

少なくとも内表面をSiC層にて被覆したものが好ましい。

【0028】次に、石英ガラス製ルツボを製造する具体例を説明する。

【0029】まず、天然石英ガラスを粉末化し、この天然石英ガラス粉末を精製処理した後、カーボン製のルツボ成型用型に充填し、これをアーク溶融法により溶融・成型して、肉厚11mm程度、深さ380mm程度、直径500mm程度の石英ガラス製ルツボ本体2を作成した。

【0030】上記石英ガラス製ルツボ本体2を、図1に示すごとく回転型の載置台1に装着配置する一方、加熱源8によって石英ガラス製ルツボ本体2の内壁面近傍を約1300℃に加熱保持した。また、高純度シラン系ガスとしての四塩化珪素ガス、および酸水素ガスを、石英ガラス製ルツボ本体2内に装着配置した酸水素バーナー6を介して、回転動作している石英ガラス製ルツボ本体2の内壁面に火炎(加熱炎)として吹き付ける。なお、石英ガラス製ルツボ本体2の回転によって、石英ガラス製ルツボ本体2のR面部および側壁など全体的に、内壁面が火炎(加熱炎)で吹き付けられることになる。

【0031】前記火炎の吹き付けによって、石英ガラス製ルツボ本体2の内壁面に、前記シラン系ガスと酸水素ガスとの反応で、シリカ微粒子が沈積するとともに、透明層化し、高純度の石英ガラス層が被覆形成された。なお、上記シリカ微粒子の沈積・透明な石英ガラス層化は、シリカ微粒子の沈積(コーティング)、透明化、シリカ微粒子の沈積(コーティング)、透明化が連続的に繰り返していると考えられる。

【0032】上記酸水素バーナーの吹き付けで、四塩化珪素ガスおよび酸水素ガス系の組成系(たとえば四塩化珪素ガス:酸素ガス:水素ガス=2:50:20)の火炎を、10分間吹き付けた場合、石英ガラス製ルツボ本体2の内壁面に、厚さ3mmの透明な合成石英ガラス層が全体的に(一様に)被覆形成されていた。また、この合成石英ガラス層について、フレームレス原子吸光法によって純度分析を行った結果を表1に示す。

【0033】さらに、比較のため、表1には、上記石英ガラス製ルツボ本体2の内壁面(比較例1)の純度分析結果、および上記石英ガラス製ルツボ本体2をカーボン製型で溶融成型するとき、石英ガラス製ルツボ本体2の内壁面相当部に合成石英ガラス粉末(精製処理済み)を充填・配置して溶融・成型した場合(比較例2)の純度分析結果を併せて示した。

【0034】

表1

試料	不純物成分 (PPM)					
	Al	Fe	Na	K	Cu	B
実施例	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01
比較例1	8	0.8	1.0	1.0	0.02	0.03
比較例2	0.1	0.1	0.03	0.02	0.01	0.03

上記表1からも分かるように、実施例に係る石英ガラス製ルツボの場合は、単結晶を成長させる溶融体に接する内壁面が高純度の合成石英ガラス層を成しているため、高純度の単結晶を成長・製造させることができる。すなわち、微小欠陥の発生が大幅に低減・抑制されたSi単結晶を再現性よく成長・製造できるため、すぐれた特性ないし性能が不可欠な、集積度の高い半導体装置の製造などに適する半導体単結晶を提供できる。

【0035】本発明は、上記例示に限定されるものでなく、発明の趣旨を逸脱しない範囲で、いろいろの変形を採ることができる。たとえば、回転型の載置台は、外周部に段差を有する形状のみならず、平板状のものでもよく、この場合、排気口は外周側において肉厚方向への貫通口として形成する。また、前記では石英ガラス製ルツボ本体を回転させたが、酸水素バーナーを回転させてもよいし、両者を回転させる構成を採ってもよい。

【0036】

【発明の効果】請求項1ないし3の発明によれば、石英ガラス製ルツボ本体が、全体的にほぼ一様な温度に加熱保持された状態で、シリカ微粒子の沈積・透明な合成石英ガラス層化が容易に行われる。すなわち、シリカ微粒子の沈積層の剥離、あるいは不均質な合成石英ガラス層の形成などが全面的に回避・解消され、高純度で耐久性のすぐれた合成石英ガラス層を内張層として備え、高性

能の半導体単結晶の成長・製造に適する石英ガラス製ルツボを歩留まりよく提供できる。

【0037】請求項4ないし6の発明によれば、煩雑な操作を要せず容易に、かつ再現性良く、全体的に、ほぼ一様な厚さの高純度な合成石英ガラス層が内壁面に形成された高品質の石英ガラス製ルツボを歩留まりよく提供できる。

【図面の簡単な説明】

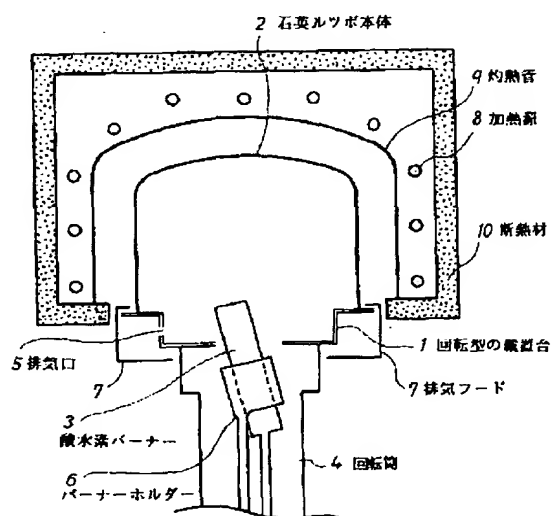
【図1】この発明に係る石英ガラス製ルツボの製造装置の要部構成例を示す断面図。

【図2】この発明に係る石英ガラス製ルツボの製造装置が具備する回転型の載置台の構成例を透視的に示す平面図。

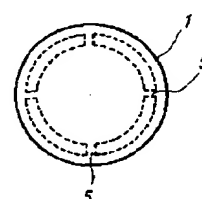
【符号の説明】

- 1……回転型の載置台
- 2……石英ガラス製ルツボ本体
- 3……酸水素バーナー
- 4……回転筒
- 5……排気口
- 6……バーナーホルダー
- 7……排気フード
- 8……加熱体（石英ガラス製ルツボ本体外壁加熱用）
- 9……均熱管
- 10……断熱体

【図1】



【図2】



フロントページの続き

(51) Int. Cl.⁶
F 2 7 B 14/04

識別記号

F I
F 2 7 B 14/04

(72)発明者 石川 安雄
神奈川県秦野市曾屋30番地 東芝セラミッ
クス株式会社開発研究所内